

**COATING METHOD OF PARTICULATES, COATED PARTICULATES,  
ANISOTROPIC ELECTRICALLY CONDUCTIVE ADHESIVE,  
ELECTRICALLY CONDUCTIVE BONDED STRUCTURAL BODY AND  
SPACER FOR LIQUID CRYSTAL DISPLAY DEVICE**

Patent Number: JP2000137233

Publication date: 2000-05-16

Inventor(s): SUZUKI TAKUO

Applicant(s): SEKISUI CHEM CO LTD

Requested Patent: JP2000137233

Application Number: JP19980312175 19981102

Priority Number(s):

IPC Classification: G02F1/1339; B01J2/00; C09J9/02; H01B1/00; H01B1/22; H01B5/16

EC Classification:

Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a coating method of particulates, which has good workability, high efficiency resulted by generating no uncoated particulates, properties of hardly generating a multiple particle, enabling to easily control thickness of a covering layer, simultaneously coating large amount of particulates, and making uniform thickness of the covering layer inter particles.

**SOLUTION:** This method is a coating method of particulates that, after preparing a mixture by mixing particulates and coating material, the mixture is sprayed by an ink-jet method to form a covering layer on the particulates, and the above described particulates have an averaged particle size of 0.5-1000  $\mu$ m, an aspect ratio of <2, CV-value of <=40%, and more preferably an aspect ratio of <1.5, a CV-value of <=25%.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-137233

(P2000-137233A)

(43)公開日 平成12年5月16日(2000.5.16)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

G 02 F 1/1339  
B 01 J 2/00  
C 09 J 9/02  
H 01 B 1/00

識別記号

5 0 0

F I

G 02 F 1/1339  
B 01 J 2/00  
C 09 J 9/02  
H 01 B 1/00

テーマー(参考)  
2 H 0 8 9  
B 4 G 0 0 4  
4 J 0 4 0  
C 5 G 3 0 1  
H 5 G 3 0 7

審査請求 未請求 請求項の数27 OL (全 9 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願平10-312175

(71)出願人 000002174

横水化学工業株式会社

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

(72)発明者 鈴木 卓夫

滋賀県甲賀郡水口町泉1259 横水ファイン

ケミカル株式会社内

F ターム(参考) 2H089 LA01 MA03X QA02 QA12

QA14 QA16

4G004 BA00

4J040 KA07 KA32

5G301 DA05 DA10 DA29 DA57 DD03

DE03

5G307 HA02 HB03 HC01

(54)【発明の名称】 微粒子の被覆方法、被覆微粒子、異方性導電接着剤、導電接続構造体、及び、液晶表示素子用スベーサ

(57)【要約】

【課題】 作業性がよく、被覆されない微粒子が発生しないため効率がよく、多重粒子が発生しにくく、容易に被覆層の厚さを制御でき、大量に微粒子を被覆でき、粒子間で被覆層の厚さを均一にすることができる微粒子の被覆方法を提供する。

【解決手段】 微粒子と被覆物質とを混合して混合物を調製後、上記混合物をインクジェット方式を用いて噴霧することにより微粒子に被覆層を形成する微粒子の被覆方法であって、上記微粒子は、平均粒子径が0.5~1.000 μm、アスペクト比が2未満、CV値が4.0%以下であることを特徴とする微粒子の被覆方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 微粒子と被覆物質とを混合して混合物を調製後、前記混合物をインクジェット方式を用いて噴霧することにより微粒子に被覆層を形成する微粒子の被覆方法であって、前記微粒子は、平均粒子径が0.5~1000μm、アスペクト比が2未満、CV値が40%以下であることを特徴とする微粒子の被覆方法。

【請求項2】 微粒子は、アスペクト比が1.5未満、CV値が25%以下であることを特徴とする請求項1記載の微粒子の被覆方法。

【請求項3】 被覆物質は、樹脂を含有することを特徴とする請求項1又は2記載の微粒子の被覆方法。

【請求項4】 微粒子と被覆物質と分散媒とを混合して混合物を調製することを特徴とする請求項1~3のいずれか1項に記載の微粒子の被覆方法。

【請求項5】 被覆物質は、分散媒に可溶な樹脂を含有することを特徴とする請求項4記載の微粒子の被覆方法。

【請求項6】 分散媒を揮発させて取り除くことを特徴とする請求項4又は5記載の微粒子の被覆方法。

【請求項7】 被覆層の厚さは、微粒子の平均粒子径の1/1000~2倍であることを特徴とする請求項1~6のいずれか1項に記載の微粒子の被覆方法。

【請求項8】 被覆層の厚さは、微粒子の平均粒子径の1/100~1/2であることを特徴とする請求項1~7のいずれか1項に記載の微粒子の被覆方法。

【請求項9】 微粒子は、平均粒子径が1~100μm、アスペクト比が1.2未満、CV値が15%以下であることを特徴とする請求項1~8のいずれか1項に記載の微粒子の被覆方法。

【請求項10】 微粒子は、平均粒子径が3~40μm、アスペクト比が1.1未満、CV値が10%以下であることを特徴とする請求項1~9のいずれか1項に記載の微粒子の被覆方法。

【請求項11】 微粒子は、平均粒子径が5~20μm、アスペクト比が1.05未満、CV値が5%以下であることを特徴とする請求項1~10のいずれか1項に記載の微粒子の被覆方法。

【請求項12】 微粒子が、請求項1~11のいずれか1項に記載の微粒子の被覆方法を用いて被覆されたことを特徴とする被覆微粒子。

【請求項13】 平均粒子径が0.6~2000μm、アスペクト比が2未満、CV値が40%以下であることを特徴とする請求項12記載の被覆微粒子。

【請求項14】 平均粒子径が1~200μm、アスペクト比が1.2未満、CV値が25%以下であることを特徴とする請求項12記載の被覆微粒子。

【請求項15】 平均粒子径が3~60μm、アスペクト比が1.1未満、CV値が15%以下であることを特徴とする請求項12記載の被覆微粒子。

【請求項16】 平均粒子径が5~30μm、アスペクト比が1.05未満、CV値が5%以下であることを特徴とする請求項12記載の被覆微粒子。

【請求項17】 微粒子は、少なくとも表面が導電性を有する導電性微粒子であることを特徴とする請求項1~11のいずれか1項に記載の微粒子の被覆方法。

【請求項18】 微粒子は、少なくとも表面が導電性を有する導電性微粒子であることを特徴とする請求項12~16のいずれか1項に記載の被覆微粒子。

10 【請求項19】 導電性微粒子は、その核を構成する材料が高分子であることを特徴とする請求項18記載の被覆微粒子。

【請求項20】 導電性微粒子は、その核を構成する材料が金属であることを特徴とする請求項18記載の被覆微粒子。

【請求項21】 導電性微粒子は、その表面が金属被覆されたものであることを特徴とする請求項18、19又は20記載の被覆微粒子。

20 【請求項22】 導電性微粒子は、その表面が金メッキされたものであることを特徴とする請求項18~21のいずれか1項に記載の被覆微粒子。

【請求項23】 請求項18~22のいずれか1項に記載の被覆微粒子がバインダー樹脂中に分散していることを特徴とする異方性導電接着剤。

【請求項24】 基板又は電気部品を構成する電極部同士が、請求項18~22のいずれか1項に記載の被覆微粒子を介して貼り合わされ、かつ、前記被覆微粒子の被覆層が加熱及び加圧によって流動することにより、前記被覆微粒子の導電材料と前記電極部とが接触し、前記電極部同士の導通が図られていることを特徴とする導電接着構造体。

30 【請求項25】 基板又は電気部品を構成する電極部同士が、請求項23記載の異方性導電接着剤を介して貼り合わされ、かつ、前記異方性導電接着剤中の被覆微粒子の被覆層が加熱及び加圧によって流動することにより、前記被覆微粒子の導電材料と前記電極部とが接触し、前記電極部同士の導通が図られていることを特徴とする導電接着構造体。

【請求項26】 微粒子は、被覆層より硬いことを特徴とする請求項12~16のいずれか1項に記載の被覆微粒子。

40 【請求項27】 請求項26記載の被覆微粒子からなることを特徴とする液晶表示素子用スペーサ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、微粒子の被覆方法、及び、該微粒子の被覆方法を用いて被覆された被覆微粒子、微細電極間の接続に用いられる被覆微粒子、異方性導電接着剤、及び、導電接着構造体、並びに、該被覆微粒子からなる液晶表示素子用スペーサに関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、微粒子の被覆方法としては、界面重合法、微粒子存在下での懸濁重合、乳化重合等の化学的方法；スプレードライ、ハイブリダイゼーション、静電付着法、噴霧法、ディッピング、真空蒸着等の物理的、機械的方法等があった。しかしながら、これらの被覆方法は、作業が煩雑である、被覆されない粒子が多量に発生するため、効率が悪い、多重粒子が発生する、粒子間で被覆の厚さが大幅に異なる、膜厚制御が困難である、大量生産に向きである等の問題点があった。

【0003】また、液晶ディスプレイ、パーソナルコンピュータ、携帯通信機器等のエレクトロニクス製品において、半導体素子等の小型電気部品を基板に電気的に接続したり、基板同士を電気的に接続するため、いわゆる異方性導電材料といわれるものが使用されており、異方性導電材料のなかでは、導電性微粒子をバインダー樹脂に混合した異方性導電接着剤が広く用いられている。

【0004】上記異方性導電接着剤に用いられる導電性微粒子としては、有機基材粒子又は無機基材粒子の表面に金属メッキを施したものや金属粒子が用いられてきた。このような導電性微粒子は、例えば、特公平6-96771号公報、特開平4-36902号公報、特開平4-269720号公報、特開平3-257710号公報等に開示されている。

【0005】また、このような導電性微粒子をバインダー樹脂と混せ合わせてフィルム状又はペースト状にした異方性導電接着剤は、例えば、特開昭63-231889号公報、特開平4-259766号公報、特開平3-291807号公報、特開平5-75250号公報等に開示されている。しかし、このような異方性導電材料は、導電性微粒子の基材粒子として電気的絶縁材料が用いられていることから、接続時の電気容量が小さいという問題点があった。

【0006】近年、電子機器や電子部品が小型化するにともない、基板等の配線がより微細になり、接続部の電気抵抗が大きくなる傾向にある。更に、最近開発されているプラズマディスプレイ用途等の素子は、大電流駆動タイプとなっており大電流対応が必要とされてきている。この電気容量の問題を解決する手段としては、導電性微粒子の濃度を上げる方法があり、この方法では電極と導電性微粒子とが接触する確率が高くなり、導通不良が起りにくく信頼性も上がるが、導電性微粒子の濃度を上げると、隣接する電極間でのリークが発生しやすくなるという問題点があった。

【0007】表示体用のスペーサ、特に、液晶表示素子用スペーサとしては、従来、粒子径の均一な高分子材料やシリカ等からなるものが用いられてきたが、これらの液晶表示素子用スペーサは、柔らかすぎると圧力がかかる際に滑れ易いため、ギャップを保持することができず、硬すぎると接触する配向膜等を傷つけるという問題

点があった。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記に鑑み、作業性がよく、被覆されない微粒子が発生しないため効率がよく、多重粒子が発生しにくく、容易に被覆層の厚さを制御でき、大量に微粒子を被覆でき、粒子間で被覆層の厚さを均一にできる微粒子の被覆方法、及び、該微粒子の被覆方法を用いて被覆された被覆微粒子を提供することを目的とする。また、本発明は、

- 10 接続抵抗が低く、接続時の電気容量が大きく、接続が安定していて、リーク現象を起こさない微細電極間の接続に用いられる被覆微粒子、異方性導電接着剤、及び、導電接続構造体を提供することを目的とする。更に、本発明は、滑れにくく、接触する部材を傷めない液晶表示素子用スペーサを提供することを目的とする。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は、微粒子と被覆物質とを混合して混合物を調製後、上記混合物をインクジェット方式を用いて噴霧することにより微粒子に被覆層を形成する微粒子の被覆方法であって、上記微粒子は、平均粒子径が0.5～1000μm、アスペクト比が2未満、CV値が40%以下であることを特徴とする微粒子の被覆方法である。以下に、本発明を詳述する。

- 【0010】本発明の微粒子の被覆方法においては、先ず、微粒子と被覆物質とを混合して混合物を調製する。上記微粒子の平均粒子径は、0.5～1000μmである。平均粒子径が0.5μm未満では、被覆層の厚さが厚くなりすぎたり、微粒子を含まない空粒子や多重粒子が多数発生する場合があり、1000μmを超えると、30 インクジェット方式を用いて噴霧した際に、微粒子がノズルに詰まる場合があるため上記範囲に限定される。好みしくは1～100μmであり、より好みしくは3～40μmであり、更に好みしくは5～20μmである。上記平均粒子径は、任意の微粒子300個を電子顕微鏡で観察することにより得られる値である。

【0011】上記微粒子のアスペクト比は2未満である。アスペクト比が2以上では、粒子径が不揃いとなるため、微粒子を含まない空粒子や多重粒子が多数発生したり、被覆層の厚さが不均一になるため上記範囲に限定される。

- 40 好みしくは1.5未満であり、より好みしくは1.2未満であり、更に好みしくは1.1未満であり、特に好みしくは1.05未満である。上記アスペクト比とは、任意の微粒子300個を電子顕微鏡で観察することにより得られる微粒子の平均長径を平均短径で割った値である。

【0012】上記微粒子は、CV値が40%以下である。CV値が40%を超えると、粒子径が不揃いとなるため、微粒子を含まない空粒子や多重粒子が多数発生したり、被覆層の厚さが不均一になるため上記範囲に限定される。

- 50 好みしくは25%以下であり、より好みしくは

15%以下であり、更に好ましくは10%以下であり、特に好ましくは5%以下である。

【0013】上記CV値とは、下記の式(1)：

$$CV\text{ 値} (\%) = (\sigma / D_n) \times 100 \cdots \cdots (1)$$

(式中、 $\sigma$ は、粒子径の標準偏差を表し、 $D_n$ は、数平均粒子径を表す)で表される値である。上記標準偏差及び上記数平均粒子径は、微粒子300個を電子顕微鏡で観察することにより得られる値である。

【0014】上記微粒子の材質としては特に限定されず、例えば、樹脂、有機物、無機物、これらの化合物や混合物等が挙げられる。上記樹脂としては特に限定されず、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメチルベンテン、ポリ塩化ビニル、ポリテトラフルオロエチレン、ポリスチレン、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリアミド、ポリイミド、ポリスルフォン、ポリフェニレンオキサイド、ポリアセタール等の線状又は架橋高分子重合体；エポキシ樹脂、フェノール樹脂、メラミン樹脂、ベンゾグアナミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、ジビニルベンゼン重合体、ジビニルベンゼンースチレン共重合体、ジビニルベンゼンーアクリル酸エステル共重合体、ジアリルフタレート重合体、トリアリルイソシアヌレート重合体等の架橋構造を有する樹脂等が挙げられる。また、上記微粒子は、少なくとも表面が導電性を有する導電性微粒子であってもよい。

【0015】上記被覆物質としては特に限定されず、例えば、樹脂、低融点金属等が挙げられる。上記樹脂としては特に限定されず、例えば、ポリエチレン、エチレン／酢酸ビニル共重合体、エチレン／アクリル酸エステル共重合体等のポリオレフィン類；ポリメチル（メタ）アクリレート、ポリエチル（メタ）アクリレート、ポリブチル（メタ）アクリレート等の（メタ）アクリレート重合体又は共重合体；ポリスチレン、スチレン／アクリル酸エステル共重合体、SB型スチレン／ブタジエンブロック共重合体、SBS型スチレン／ブタジエンブロック共重合体、これらの水添加物等のブロックポリマー；ビニル系重合体又は共重合体等の熱可塑性樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、メラミン樹脂等の熱硬化性樹脂、これらの混合物等が挙げられる。

【0016】上記低融点金属としては特に限定されず、例えば、はんだ等が挙げられる。これら樹脂や低融点金属は、単独で用いてもよいし、2種以上のものを併用してもよい。また、下記する他の被覆物質と併用してもよい。他の被覆物質としては、例えば、有機物、無機物、これらの化合物や混合物、金属等が挙げられる。これらの被覆物質のなかでは、被覆層が割れたり、剥がれ落ちたりしてくい点から、樹脂が好ましく、後述する分散媒を用いる場合には、分散媒に可溶な樹脂がより好ましい。また、上記被覆層に樹脂強度が必要であり、混合物を調製する際に分散媒を用いる場合には、分散媒に可溶

な樹脂を用いて被覆層を形成した後に、架橋等の方法により不溶性にしてもよい。

【0017】上記混合物は、微粒子と被覆物質と分散媒とを混合して調製してもよい。上記分散媒としては、混合物を調製する際に液状のものであれば特に限定されず、例えば、溶剤ハンドブック（講談社）等に記載されている通常の有機溶媒、水、無機溶媒、これらの混合物や化合物等が挙げられる。上記分散媒は、本発明の微粒子の被覆方法においては、揮発させて取り除くのが好ましい。分散媒を揮発させる方法としては特に限定されず、例えば、加熱しながら、被覆粒子を空中に噴霧する方法等が挙げられる。

【0018】上記分散媒は、充分な脱気が可能であり、形成する被覆層が発泡しにくい点から適度な揮発性をもつものが好ましい。そのため、上記分散媒の沸点は、分散媒を揮発させる気圧での沸点が40～150°Cのものが好ましく、60°C～120°Cのものがより好ましい。沸点が40°C未満では、分散媒の揮発が急激に起こるため、被覆層が発泡しやすく、150°Cを超えると、充分に脱気できないことがある。

【0019】上記混合物を調製する際に、分散媒を用いる場合には、上記微粒子の比重は、分散媒の比重との差が2以下のものが好ましい。微粒子の比重と分散媒の比重との差が2を超えると、微粒子が分散媒中に沈降し、被覆できない場合がある。

【0020】本発明の微粒子の被覆方法においては、上記した構成からなる混合物を調製した後、該混合物をインクジェット方式を用いて噴霧することにより微粒子に被覆層を形成する。上記インクジェット方式としては特に限定されず、例えば、バブルジェット方式、圧電素子を用い、該圧電素子を振動させ噴霧する方式等が挙げられる。上記インクジェット方式のノズル径は、微粒子の粒子径の1.1～3倍が好ましい。ノズル径が、微粒子の1.1倍未満ではノズルの目詰まりが起こることがあり、微粒子の3倍を超えると被覆層の制御が難しくなる。より好ましくは、1.2～2倍である。

【0021】本発明の微粒子の被覆方法を用いて形成する被覆層の厚さは、上記微粒子の平均粒子径の1/100～2倍が好ましい。上記被覆層の厚さが2倍を超えると、微粒子を含まない空粒子が多数発生する場合があり、1/1000未満では、このような厚さの被覆層を形成させるのは実際上困難であり、また、形成させることができたとしても多重粒子が多数発生する場合がある。より好ましくは、微粒子の平均粒子径の1/100～1/2である。

【0022】本発明の微粒子の被覆方法は、作業性がよく、被覆されない微粒子が発生しないため効率がよく、多重粒子が発生しにくく、容易に被覆層の厚さを制御でき、大量の微粒子を容易に被覆することができる。従つて、本発明の微粒子の被覆方法により、粒子間で被覆層

の厚さが均一な被覆微粒子を製造することができる。

【0023】上記微粒子の被覆方法を用いて、微粒子を被覆することにより得られる被覆微粒子は、その平均粒径が0.6~2000μmが好ましい。より好ましくは1~200μmであり、更に好ましくは3~60μmであり、特に好ましくは5~30μmである。上記被覆微粒子は、微粒子の形状が保たれたものである。そのため、アスペクト比が2未満の微粒子を被覆すれば、得られる被覆微粒子のアスペクト比が2未満であり、アスペクト比が1.5未満の微粒子を被覆すれば、得られる被覆微粒子のアスペクト比が1.5未満であり、アスペクト比が1.2未満の微粒子を被覆すれば、得られる被覆微粒子のアスペクト比が1.2未満であり、アスペクト比が1.1未満の微粒子を被覆すれば、得られる被覆微粒子のアスペクト比が1.1未満であり、アスペクト比が1.05未満の微粒子を被覆すれば、得られる被覆微粒子のアスペクト比が1.05未満である。

【0024】また、CV値が40%以下の微粒子を被覆すれば、得られる被覆微粒子のCV値は40%以下であり、CV値が25%以下の微粒子を被覆すれば、得られる被覆微粒子のCV値は25%以下であり、CV値が15%以下の微粒子を被覆すれば、得られる被覆微粒子のCV値は15%以下であり、CV値が10%以下の微粒子を被覆すれば、得られる被覆微粒子のCV値は10%以下であり、CV値が5%以下の微粒子を被覆すれば、得られる被覆微粒子のCV値は5%以下である。上記被覆微粒子もまた本発明の1つである。

【0025】上記被覆微粒子を作製する際に、微粒子として少なくとも表面が導電性を有する導電性微粒子を用いると、得られた被覆微粒子は、被覆導電性微粒子として用いることができる。

【0026】少なくとも表面が導電性を有する導電性微粒子としては特に限定されず、通常、導電性微粒子として用いられるものであればよく、例えば、高分子材料が核を構成する粒子に金属を被覆したもの、カーボン粒子、金属粒子等が挙げられる。これらのなかでは、電極との接触面積を増やし、安定性を上げるという点から、CV値やアスペクト比の小さいものが得やすい高分子材料を粒子の核に用い、その粒子に金属を被覆したものが好ましく、金メッキをしたもののがより好ましい。また、高い導電性を有する導電性微粒子が得られる点から、金属粒子も好ましい。

【0027】上記被覆微粒子を被覆導電性微粒子として用いる際の被覆物質としては、例えば、樹脂、低融点金属等が挙げられるが、絶縁物質が好ましいことから、絶縁性の樹脂が好ましい。被覆層が絶縁物質で形成されている被覆導電性微粒子は、後述する工程により、この被覆導電性微粒子を用いて導電接続構造体を作製した際に、隣接する電極間でリーカーが発生せず、被覆導電性微粒子の濃度を上げることができ、更に、電極の接続方向

では、上記被覆層が加熱及び加圧によって流动することにより電極との接触面で上記被覆層が除去され、電極間の導通を図ることができる。また、被覆層が低融点金属で形成されている被覆導電性微粒子は、後述する工程により、この被覆導電性微粒子を用いて導電接続構造体を作製した際に、充分な電気容量を有するため、被覆導電性微粒子の濃度を上げることなく、大電流に対応することができ、隣接する電極間でリーカーが発生しない。

【0028】更に、上記被覆導電性微粒子は、本発明の10微粒子の被覆方法を用いて、被覆層が形成されているため、微粒子を含まない空粒子や多重粒子が発生しにくく、被覆層の厚さも均一であり、微粒子を含まない空粒子も少ないため電極間の導通が阻害されることもない。上記被覆導電性微粒子、即ち、微粒子として少なくとも表面が導電性を有する導電性微粒子を用いて、得られた被覆微粒子もまた本発明の1つである。

【0029】本発明の被覆導電性微粒子は、主として、相対向する2つの電極を電気的に接続する際に用いられる。上記被覆導電性微粒子を用いて相対向する2つの電極を電気的に接続する方法としては、例えば、上記被覆導電性微粒子をバインダー樹脂中に分散させて異方性導電接着剤を調製し、上記異方性導電接着剤を使用して2つの電極を接着、接続する方法、バインダー樹脂と上記被覆導電性微粒子とを別々に使用して接続する方法等が挙げられる。

【0030】本明細書において、異方性導電接着剤とは、異方性導電膜、異方性導電ペースト、異方性導電インキ等を含むものとする。

【0031】上記異方性導電接着剤を構成するバインダ樹脂としては特に限定されず、例えば、アクリレート樹脂、エチレン/酢酸ビニル樹脂、スチレン/ブタジエンプロック共重合体等の熱可塑性樹脂；グリシル基を有するモノマー やオリゴマーとイソシアネート等の硬化剤との反応により得られる硬化性樹脂組成物等の熱や光によって硬化する組成物等が挙げられる。好ましくは、上記硬化性樹脂組成物のなかでも低温で硬化する低温硬化性樹脂、及び、光硬化性樹脂である。

【0032】上記異方性導電接着剤として異方性導電膜を使用した場合、上記被覆導電性微粒子は、ランダムに分散されていてもよく、特定の位置に配置されていてもよい。被覆導電性微粒子がランダムに分散された導電膜は、通常、汎用的な用途に使用される。また、上記被覆導電性微粒子が所定の位置に配置された導電膜は、効率的な電気接合を行うことができる。上記異方性導電接着剤の塗工膜厚は特に限定されないが、10~数百μmが好ましい。このような異方性導電接着剤もまた本発明の1つである。

【0033】上記被覆導電性微粒子、及び、異方性導電接着剤により接続される対象物としては、例えば、表面に電極部が形成された基板、半導体等の電気部品等が挙

げられる。上記基板は、フレキシブル基板とリジッド基板とに大別される。上記フレキシブル基板としては、例えば、50～500μmの厚さの樹脂シートが挙げられる。上記樹脂シートの材質としては、例えば、ポリイミド、ポリアミド、ポリエチレン、ポリスルホン等が挙げられる。

【0034】上記リジッド基板は、樹脂製のものとセラミック製のものとに大別される。上記樹脂製のものとしては、例えば、ガラス繊維強化エポキシ樹脂、フェノール樹脂、セルロース繊維強化フェノール樹脂等が挙げられる。上記セラミック製のものとしては、例えば、二酸化ケイ素、アルミナ、ガラス等が挙げられる。

【0035】上記基板の構成は特に限定されず、単層のものであってもよく、単位面積当たりの電極数を増加させるために、例えば、複数の層が形成され、スルーホール形成等の手段により、これらの層が相互に電気的に接続されている多層基板であってもよい。

【0036】上記電気部品としては特に限定されず、例えば、トランジスタ、ダイオード、IC、LSI等の半導体等の能動部品；抵抗、コンデンサ、水晶振動子等の受動部品等が挙げられる。上記基板又は電気部品の表面に形成される電極の形状としては特に限定されず、例えば、線状、ドット状、任意形状のもの等が挙げられる。

【0037】上記電極の材質としては、例えば、金、銀、銅、ニッケル、パラジウム、カーボン、アルミニウム、ITO等が挙げられる。接触抵抗を低減させるために、銅、ニッケル等の上に更に金が被覆された電極を用いることができる。上記電極の厚さは、0.1～100μmであることが好ましく、上記電極の幅は、1～500μmであることが好ましい。

【0038】上記被覆導電性微粒子と上記基板又は部品等との接合としては、例えば、表面に電極が形成された基板又は電気部品の上に、上記被覆導電性微粒子を含有する異方性導電膜を配置し、その上に、他の基板又は電気部品の電極を置き、加熱、加圧する方法が挙げられる。上記異方性導電膜の代わりに、スクリーン印刷やディスペンサー等の印刷手段により、上記被覆導電性微粒子を含有する異方性導電ベーストを所定量用いることができる。上記加熱、加圧には、ヒーターが付いた圧着機やポンディングマシン等が用いられる。

【0039】上記異方性導電膜及び上記異方性導電ベーストを用いない方法も可能であり、例えば、被覆導電性微粒子を介して貼り合わせた2つの電極部の隙間に液状のバインダーを注入した後、硬化させる方法等を用いることができる。

【0040】上記基板又は電気部品の電極部同士が、上記被覆導電性微粒子又は上記異方性導電接着剤を用いて接続された導電接続構造体もまた、本発明の1つである。

【0041】上述のように、本発明の異方性導電接着剤

及び導電接続構造体は、少なくとも表面が導電性を有する導電性微粒子の表面に、被覆層が形成されている被覆微粒子を用いることを特徴としている。このため、上記異方性導電接着剤及び導電接続構造体では、上記被覆微粒子の含有する被覆層の存在により隣接電極間でのリークが発生せず、上記被覆微粒子の濃度を上げることができる。また、電極と被覆微粒子の接触部位では、加熱及び加圧により上記被覆層が流動することにより電極との接触面で上記被覆層が除去され、電極同士の導通が得られるとともに、被覆導電性微粒子を高濃度に含有させることができるために、大きな電気容量を確保することができる。

【0042】本発明の被覆微粒子のうち、被覆層が絶縁物質で形成されているものは、液晶表示素子用スペーサとして好適に用いることができる。また、上記被覆微粒子を液晶表示素子用スペーサとして用いる際には、被覆微粒子を構成する微粒子の硬さが被覆層の硬さよりも硬いことが好ましい。これは、液晶表示素子用スペーサに大きな圧力がかかった際、即ち、液晶表示装置に用いた際に、微粒子が硬いと液晶表示素子用スペーサが潰れにくく、液晶表示装置のギャップを充分に保持することができ、被覆層が柔らかいと液晶表示装置の配向膜を傷つけにくいからである。上記液晶表示素子用スペーサもまた、本発明の1つである。

#### 【0043】

【実施例】以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

#### 【0044】実施例1

30 微粒子として平均粒子径10μm、アスペクト比1.04、CV値4%のジビニルベンゼン系微球70重量部と被覆物質としてトルエンに可溶な数平均分子量10万、ガラス転移温度(Tg)という)90°Cのスチレン-アクリル系共重合体30重量部とを分散媒であるトルエン200重量部中に均一に分散し混合物を得た。得られた混合物をノズル径14μmの圧電素子型インクジェットにより液滴として空中に連続的に噴霧しながら分散液を揮発させ被覆微粒子を得た。得られた被覆微粒子は、被覆の厚さが約1μm、平均粒子径12μm、アスペクト比1.08、CV値7%で、均一に被覆され、被覆されていない粒子や多重粒子、微球を含まない空粒子をほとんど含んでいなかった。また、ノズルの詰まりは一切みられなかった。

#### 【0045】実施例2

微粒子として平均粒子径2μm、アスペクト比1.07、CV値6%のシリカ微球40重量部と被覆物質として酢酸エチルに可溶な数平均分子量5万、Tg80°Cのエポキシ樹脂59重量部と平均粒子径50nmの酸化チタン1重量部を分散媒である酢酸エチル1000重量部中に均一に分散し混合物を得た。得られた混合物をノズ

ル径 $8\text{ }\mu\text{m}$ の圧電素子型インクジェットにより液滴として空中に連続的に噴霧しながら分散液を揮発させ被覆微粒子を得た。得られた被覆微粒子は、被覆の厚さが約 $0.7\text{ }\mu\text{m}$ 、平均粒子径 $3.5\text{ }\mu\text{m}$ 、アスペクト比 $1.1$ 、CV値 $15\%$ で、被覆層の発泡が少なく均一に被覆され、被覆されていない粒子や多重粒子、微球を含まない空粒子が少なかった。また、ノズルの詰まりは一切みられなかった。

## 【0046】実施例3

微粒子として平均粒子径 $4.0\text{ }\mu\text{m}$ 、アスペクト比 $1.1$ 、CV値 $10\%$ のベンゾグアニン系微球 $9.6$ 重量部と被覆物質としてトルエンに可溶な数平均分子量 $6000$ 、Tg $60^{\circ}\text{C}$ の硬化型エポキシ樹脂 $4$ 重量部と硬化剤とを分散媒であるトルエン $1000$ 重量部中に均一に分散し、混合物を得た。得られた混合物をノズル径 $6.0\text{ }\mu\text{m}$ のパブルジェット型インクジェットにより液滴として空中に連続的に噴霧しながら分散液を揮発させ被覆微粒子を得た。こうして得られた被覆微粒子は、被覆の厚さが約 $0.2\text{ }\mu\text{m}$ 、平均粒子径 $4.0\text{ }\mu\text{m}$ 、アスペクト比 $1.1$ 、CV値 $10\%$ で、被覆層の発泡が無く均一に被覆され、被覆されていない粒子や多重粒子、微球を含まない空粒子をほとんど含んでいなかった。また、若干ノズルに詰まりかけたもの特に問題とはならなかった。

## 【0047】実施例4

微粒子として平均粒子径 $2.0\text{ }\mu\text{m}$ 、アスペクト比 $1.03$ 、CV値 $2\%$ のジビニルベンゼン系微球 $3.0$ 重量部と被覆物質として数平均分子量 $8000$ 、Tg $60^{\circ}\text{C}$ のスチレンーアクリル系共重合体 $7.0$ 重量部を加熱下で均一に混合し、混合物を得た。得られた混合物をノズル径 $2.5\text{ }\mu\text{m}$ の圧電素子型インクジェットにより加熱しつつ、液滴として空中に連続的に噴霧しながら分散液を揮発させ被覆微粒子を得た。得られた被覆微粒子は、被覆の厚さが約 $5\text{ }\mu\text{m}$ 、平均粒子径 $3.0\text{ }\mu\text{m}$ 、アスペクト比 $1.06$ 、CV値 $6\%$ で、被覆層の発泡が無く均一に被覆され、被覆されていない粒子や多重粒子、微球を含まない空粒子をほとんど含んでいなかった。また、ノズルの詰まりは一切みられなかった。

## 【0048】実施例5

微粒子として平均粒子径 $1.5\text{ }\mu\text{m}$ 、アスペクト比 $1.05$ 、CV値 $4\%$ のジビニルベンゼン系微球に厚さ $100\text{ nm}$ のニッケルメッキと厚さ $40\text{ nm}$ の金メッキとを施した比重 $2$ の微粒子 $8.5$ 重量部と被覆物質として酢酸ブチルに可溶な数平均分子量 $1$ 万、Tg $80^{\circ}\text{C}$ のメタクリル酸エステル系共重合体 $1.5$ 重量部とを分散媒である酢酸ブチル $300$ 重量部中に均一に分散し混合物を得た。得られた混合物をノズル径 $2.0\text{ }\mu\text{m}$ の圧電素子型インクジェットにより液滴として空中に連続的に噴霧しながら分散液を揮発させ被覆導電性微粒子を得た。得られた被覆導電性微粒子は、被覆の厚さが約 $1\text{ }\mu\text{m}$ 、平均粒子径 $1.7\text{ }\mu\text{m}$ 、アスペクト比 $1.07$ 、CV値 $6\%$ で、被覆

層の発泡が少なく均一に被覆され、被覆されていない粒子や多重粒子、微球を含まない空粒子をほとんど含んでいなかった。また、ノズルの詰まりは一切みられなかった。

【0049】更に、得られた被覆導電性微粒子を熱硬化性エポキシ樹脂をトルエンに溶解させたバインダー溶液に混合、分散させた。ついで、この被覆導電性微粒子の分散溶液を離型フィルム上に一定の厚さに塗布し、トルエンを蒸発させ、異方性導電膜を得た。得られた異方性導電膜の膜厚は $3.0\text{ }\mu\text{m}$ であった。その後、ガラス-エポキシ基板上に $7.0\text{ }\mu\text{m}$ 角の金パンプを電極ピッチ $1.00\text{ }\mu\text{m}$ で $10 \times 10$ 個並べ、得られた異方性導電膜を貼り付け、更に、その上に同じ基板を位置合わせ後重ね合わせ、 $160^{\circ}\text{C}$ で $2$ 分間加熱、加圧し、導電接続構造体を得た。得られた導電接続構造体の接続抵抗値は充分低く、隣接する電極間の線間絶縁性は、充分保たれていた。また、冷熱サイクルテストを行ったが変化はみられなかった。

## 【0050】実施例6

20 微粒子として平均粒子径 $6\text{ }\mu\text{m}$ 、アスペクト比 $1.02$ 、CV値 $2\%$ のシリカ微球 $3.0$ 重量部と被覆物質として酢酸ブチルに可溶な数平均分子量 $5$ 万、Tg $90^{\circ}\text{C}$ のメタクリル酸エステル系共重合体 $7.0$ 重量部とを分散媒である酢酸ブチル $500$ 重量部中に均一に分散し混合物を得た。得られた混合物をノズル径 $1.0\text{ }\mu\text{m}$ の圧電素子型インクジェットにより液滴として空中に連続的に噴霧しながら分散液を揮発させ被覆微粒子を得た。得られた被覆微粒子は、被覆の厚さが約 $2\text{ }\mu\text{m}$ 、平均粒子径 $1.0\text{ }\mu\text{m}$ 、アスペクト比 $1.05$ 、CV値 $5\%$ で、被覆層の発泡が無く均一に被覆され、被覆されていない粒子や多重粒子、微球を含まない空粒子をほとんど含んでいなかった。また、ノズルの詰まりは一切みられなかった。この被覆微粒子を液晶表示素子用スペーサとして用い、液晶表示装置を作製したところ、この液晶表示素子用スペーサは、配向膜を傷つけることなく、圧力がかかった場合でも潰れることができなかった。

## 【0051】比較例1

平均粒子径 $1.0\text{ }\mu\text{m}$ のジビニルベンゼン系微球に代えて、平均粒子径 $0.4\text{ }\mu\text{m}$ 以下のジビニルベンゼン系微球を用い、ノズル径の大きさを詰まりが発生しないように調整した以外は実施例1と同様にして被覆微粒子を得た。得られた被覆微粒子の被覆層は不均一で、多重粒子や微球を含まない空粒子が多数発生した。また、被覆層には、発泡がみられた。

## 【0052】比較例2

平均粒子径 $1.0\text{ }\mu\text{m}$ のジビニルベンゼン系微球に代えて、平均粒子径 $1.200\text{ }\mu\text{m}$ のジビニルベンゼン系微球を用い、ノズル径の大きさを詰まりが発生しないように調整した以外は実施例1と同様にして被覆微粒子を得た。その結果、圧電素子型インクジェットのノズルから

液漏れが発生し、更に、微球を含まない微小な空粒子が多数発生した。

【0053】比較例3

アスペクト比1.04のジビニルベンゼン系微球に代えて、アスペクト比2のジビニルベンゼン系微球を用いた以外は実施例1と同様にして被覆微粒子を得ようとしたところ、ノズルが詰まってしまった。また、ノズル径の大きさを詰まりが発生しないように調整し、被覆微粒子を得たところ、得られた被覆微粒子は被覆層が不均一で、多重粒子や微球を含まない空粒子が多数発生し、更に、被覆層には、発泡がみられた。

【0054】比較例4

CV値4%のジビニルベンゼン系微球に代えて、CV値45%のジビニルベンゼン系微球を用いた以外は実施例1と同様にして被覆微粒子を得ようとしたところ、ノズルが詰まってしまった。また、ノズル径の大きさを詰まりが発生しないように調整し、被覆微粒子を得たところ、得られた被覆微粒子は被覆層が不均一で、多重粒子や微球を含まない空粒子が多数発生し、更に、被覆層には、発泡がみられた。

【0055】比較例5

微粒子として平均粒子径10μm、アスペクト比1.04、CV値4%のジビニルベンゼン系微球70重量部と被覆物質としてスチレンとアクリル酸エステルの混合物30重量部と重合開始剤としてベンゾイルパーオキサイド0.1重量部とを混合し、ポリビニルアルコール分散液中で懸濁重合を行い重合物を得た。得られた重合物は、数平均分子量10万、Tg90°Cのスチレンーアクリル系共重合体であり、ジビニルベンゼン系微球を被覆していたが、被覆層の厚さが粒子により異なり、多重粒子や微球を含まない空粒子も多数発生していた。

【0056】比較例6

微粒子として平均粒子径10μm、アスペクト比1.04、CV値4%のジビニルベンゼン系微球70重量部と被覆物質としてトルエンに可溶な数平均分子量10万、Tg90°Cのスチレンーアクリル系共重合体30重量部とを分散媒であるトルエン200重量部中に均一に分散し、混合物を得た。得られた混合物をスプレードライ法により噴霧しながら加熱、減圧下で溶媒を除去したところジビニルベンゼン系微粒子は被覆されていたが、被覆層の厚さが粒子により異なり、多重粒子や微球を含まない空粒子も多数発生していた。

【0057】比較例7

被覆導電性微粒子に代えて、被覆していない導電性微粒子を用いた以外は、実施例5と同様にして異方性導電膜及び導電接続構造体を作製した。得られた導電接続構造

体は、接続抵抗値は充分低かったものの、隣接する電極間でショートが発生した。

【0058】比較例8

懸濁重合により得られた被覆導電性微粒子を用いた以外は、実施例5と同様にして異方性導電膜及び導電接続構造体を作製した。得られた導電接続構造体は、隣接する電極間の線間絶縁性は保たれていたものの、対向電極の接続がとれていないパンプがみられた。また、冷熱サイクルテストを行ったところ、隣接する電極間でショートするパンプがみられた。

【0059】比較例9

平均粒子径10μm、アスペクト比1.05、CV値5%のシリカ微球を液晶表示素子用スペーサとして用いた以外は、実施例6と同様にして液晶表示装置を作製したところ、この液晶表示素子用スペーサは、圧力がかからずも潰れることはなかったが、配向膜が傷つき、液晶表示装置の表示品質が大幅に低下した。

【0060】比較例10

平均粒子径10μm、アスペクト比1.05、CV値5%の酢酸ブチルに可溶な数平均分子量5万、Tg90°Cのメタクリル酸エステル系共重合体を液晶表示素子用スペーサとして用いた以外は、実施例6と同様にして液晶表示装置を作製したところ、この液晶表示素子用スペーサは、配向膜を傷つけることはなかったが、圧力がかからずも潰れてしまい液晶表示装置の表示品質が大幅に低下した。

【0061】

【発明の効果】本発明の微粒子の被覆方法は、上述の構成からなるので、作業性がよく、被覆されない微粒子が発生しないため効率がよく、多重粒子が発生しにくく、容易に被覆層の厚さを制御でき、大量に微粒子を被覆することができる。従って、上記方法により、粒子間で被覆層の厚さが均一な被覆微粒子を製造することができる。また、本発明の被覆微粒子は、本発明の微粒子の被覆方法を用いて被覆するため、微粒子の形状が保たれたものである。更に、上記被覆微粒子は、微粒子として導電性微粒子を用いると、接続抵抗が低く、接続時の電気容量が大きく、接続が安定していて、リーク現象を起こさない。また、本発明の異方性導電接着剤は、接続抵抗が低く、接続時の電気容量が大きく、接続が安定していて、リーク現象を起こさない。また、本発明の導電接続構造体は、接続抵抗が低く、接続時の電気容量が大きく、接続が安定していて、リーク現象を起こさない。更に、本発明の液晶表示素子用スペーサは、潰れにくく、接触する部材を傷めることがない。

フロントページの続き

(51)Int.CI.	識別記号	F I	コード(参考)
H 0 1 B	1/00	H 0 1 B	M
	1/22		D
	5/16		